

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 11-327199

(43)Date of publication of application : 26.11.1999

(51)Int.Cl.

G03G 9/08
G03G 9/097
G03G 9/087

(21)Application number : 10-136627

(71)Applicant : TOSHIBA CORP

(22)Date of filing : 19.05.1998

(72)Inventor : KUROIWA SHIGEYUKI

(54) DEVELOPPER AND ITS MANUFACTURE

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To ensure a sufficient durability, reserving characteristic, charge and fluidization characteristics, and a good image formation without making dirty the inside of machine body caused by toner as well as without degrading an image quality by sticking an adding agent applied from the outside to a surface of toner particle containing coloring agent and binder resin at an ambient temperature in the range from the glass transfer heat absorption starting temperature of toner particle to the glass transition point temperature.

SOLUTION: This developper has toner particles containing coloring agent and binder resin and an externally applied additional agent stucked to the surface of toner particles at a temperature range from the glass transfer heat absorption starting temperature of toner particle to the glass transfer point temperature. In the application of the agent to the toner particles, the ambient temperature is made in this range so that the agent is firmly stuck thereto without being buried therein, thereby ensuring a sufficient effect of the agent. Accordingly, an excellent charging characteristic and a fluidization characteristic are assured. Further, the amount of the agent which can be added can be increased, thereby assuring a high reserving and maintaining characteristic.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C): 1998,2000 Japan Patent Office



(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平11-327199

(43) 公開日 平成11年(1999)11月26日

(51) Int.Cl. ⁸	識別記号	F I	
G 0 3 G 9/08		G 0 3 G 9/08	3 7 2
9/097			3 4 4
9/087			3 8 1

審査請求 未請求 請求項の数7 O L (全 7 頁)

(21) 出願番号 特願平10-136627

(22) 出願日 平成10年(1998) 5月19日

(71) 出願人 000003078

株式会社東芝

神奈川県川崎市幸区堀川町72番地

(72) 発明者 黒岩 重行

神奈川県川崎市幸区柳町70番地 東芝ソシ

オエンジニアリング株式会社内

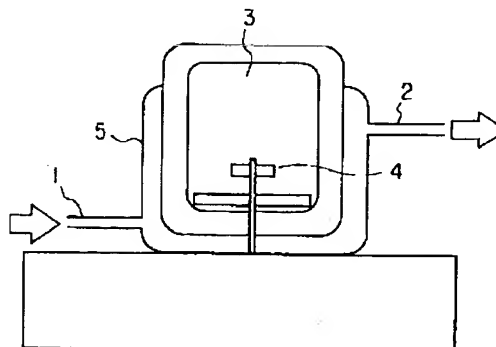
(74) 代理人 弁理士 鈴江 武彦 (外6名)

(54) 【発明の名称】 現像剤及びその製造方法

(57) 【要約】

【課題】 十分な耐久性、保存性、帯電性及び流動性を有する現像剤を得る。

【解決手段】 トナー粒子表面に、トナー粒子のガラス転移吸熱開始温度ないしそのガラス転移点温度の範囲の雰囲気温度で、外添剤を付着する。



1

【特許請求の範囲】

【請求項1】 着色材及びバインダー樹脂を含むトナー粒子と、該トナー粒子表面に、該トナー粒子のガラス転移吸熱開始温度ないしそのガラス転移点温度の範囲の雰囲気温度で付着された外添剤とを具備することを特徴とする現像剤。

【請求項2】 着色材及びバインダー樹脂を含むトナー粒子と、該トナー粒子表面に、該トナー粒子のガラス転移吸熱開始温度ないしそのガラス転移点温度の範囲の雰囲気温度で付着された帯電制御剤からなる外添剤とを具備することを特徴とする現像剤。

【請求項3】 前記外添剤は、現像剤全重量の0.2ないし1.0重量%であることを特徴とする請求項1または2に記載の現像剤。

【請求項4】 着色材及びバインダー樹脂を含むトナー材料を用いてトナー粒子を製造するトナー粒子製造工程、前記トナー粒子に外添剤を添加し、該トナー粒子のガラス転移吸熱開始温度ないしそのガラス転移点温度の範囲の雰囲気温度で外添処理を行なう外添処理工程を具備することを特徴とする現像剤の製造方法。

【請求項5】 着色材及びバインダー樹脂を含むトナー材料を用いてトナー粒子を製造するトナー粒子製造工程、前記トナー粒子に外添剤として帯電制御剤を添加し、該トナー粒子のガラス転移吸熱開始温度ないしそのガラス転移点温度の範囲の雰囲気温度で外添処理を行なう外添処理工程を具備することを特徴とする現像剤の製造方法。

【請求項6】 前記外添剤は、現像剤全重量の0.2ないし1.0重量%であることを特徴とする請求項4または5に記載の方法。

【請求項7】 前記外添処理工程は、前記トナー粒子に、第1の外添剤を添加し、外添処理を行なう第1の外添処理工程、第1の外添処理により得られたトナー粒子に、第2の外添剤を添加し、外添処理を行なう第2の外添処理工程からなり、前記第1の外添処理工程における雰囲気温度をA(°C)、前記第2の外添処理工程における雰囲気温度をB(°C)、トナー粒子のガラス転移点温度をTg(°C)とするとき、下記関係式

$$A \times B \text{ であり、 } A = Tg + 2.5 \text{ } ^\circ\text{C} \text{ かつ } B = Tg - 5 \text{ } ^\circ\text{C}$$

又は $B = Tg - 2.5 \text{ } ^\circ\text{C}$ かつ $A = Tg - 5 \text{ } ^\circ\text{C}$ を満足することを特徴とする請求項4ないし6のいずれか1項に記載の方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】 本発明は、複写機、及びレーザープリンタ等の電子写真方式を用いた画像形成装置に用いられる現像剤及びその製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】 画像形成装置に使用されるトナーには、様々な特性が要求され、例えば現像性、耐久性、定着

2

性、保存安定性、及び環境安定性などが挙げられる。これらの特性は用いる複写機によっても異なり、これら全ての特性を満足するようにトナー処方及び製造条件が決定される。

【0003】 トナー処方の検討においては、一般的に、混練時に樹脂に添加されるトナー材料中には、ワックス、帯電制御剤、直付薬等と、このトナー材料を、混練、粉砕、及び分級後に得られたトナー粒子に添加される例えば無機酸化物微粒子等の外添剤とに付けられ、何れもどの程度添加するかが重要となる。

【0004】 中でも、どのような外添剤をトナー表面にどのように適用させるかは、トナーの特性に大きな影響を与える。一般的には、無機酸化物等の微粒子をワックス、カーボンブラック、クマロンブルー等の混合機を用いてトナー表面に付着させる事によって、トナーの現像性、保存安定性の向上を図っている。トナー等の無機酸化物微粒子は、外添剤としてトナー粒子に添加されることによって、トナーの帯電性を改善し、高い現像性を得ることが知られている。また、これにより、同時にトナーの流動性の向上するため、保存安定性が向上する。

【0005】 したがって、このような無機酸化物微粒子の添加量を増加して、より良好な流動性を得るが、表面に長期にわたることで、高価なトナー等の無機酸化物のトナー表面に付着することによって、トナーの帯電性が阻害される結果となり、画質の低下や機体内にトナーの粉が発生することとなる。

【0006】

【発明が解決しようとする課題】 本発明は、上記事情に鑑みてなされたもので、十分な耐久性、保存性、帯電性及び流動性を有し、画質の低下や機体内にトナーの粉を起すこととなり良好な画像形成を行なうことのできる現像剤を提供することを目的とする。

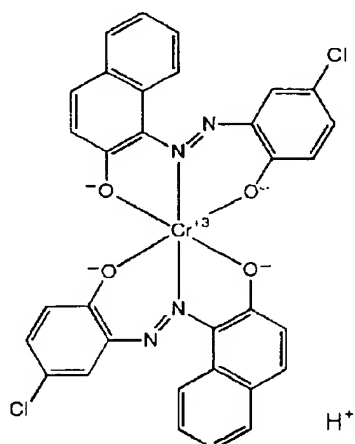
【0007】

【課題を解決するための手段】 本発明は、第1に、着色材及びバインダー樹脂を含むトナー粒子と、該トナー粒子表面に、該トナー粒子のガラス転移吸熱開始温度ないしそのガラス転移点温度の範囲の雰囲気温度で付着された外添剤とを具備することを特徴とする現像剤を提供する。

【0008】 また、本発明は、第2に、着色材及びバインダー樹脂を含むトナー粒子と、該トナー粒子表面に、該トナー粒子のガラス転移吸熱開始温度ないしそのガラス転移点温度の範囲の雰囲気温度で付着された帯電制御剤とを具備することを特徴とする現像剤を提供する。

【0009】 本発明は、第3に、着色材及びバインダー樹脂を含むトナー材料を用いてトナー粒子を製造するトナー粒子製造工程、前記トナー粒子に外添剤を添加し、該トナー粒子のガラス転移吸熱開始温度ないしそのガラス転移点温度の範囲の雰囲気温度で外添処理を行なう外添処理工程を具備することを特徴とする現像剤の製造方

5



【0022】外添剤は、現像剤全重量の0.2ないし1.0重量%であることが好ましい。本発明の現像剤では、添加された外添剤の微粒子が埋没せず、かつ強固にトナー粒子に付着していることから、0.2ないし1.0重量%の含有量で十分な流動性、帯電性を得ることが可能である。

【0023】また、本発明によれば、トナー粒子に三種以上の外添剤を添加することも可能である。本発明の現像剤の製造方法において、例えば2種の外添剤を添加す

6

る場合には、その外添剤処理工程を、トナー粒子に、第1の外添剤を外添処理する第1の外添処理工程と、第1の外添処理により得られたトナー粒子に、第2の外添剤を外添処理する第2の外添処理工程との2段階に分けることが可能である。このとき、第1の外添処理工程における雰囲気温度をA(℃)、第2の外添処理工程における雰囲気温度をB(℃)、トナー粒子のガラス転移点温度をTg(℃)とすると、下記関係式

A≦Bであり、A>Tg-2.5℃かつB≦Tg-5℃又はB>Tg-2.5℃かつA=Tg-5℃を満足することが好ましい。このとき例えば第1の外添剤として全金属錯体帯電制御剤、第2の外添剤としてシリカ等の微粒子を好ましく使用することができる。

【0024】

【実施例】以下、実施例を示し、本発明を具体的に説明する。

実施例1

下記表1に示される材料を、加熱溶融混練し、冷却した後、粉砕及び分級することにより、トナー粒子を得た。このトナー粒子のTg吸熱開始温度は43.0℃、Tgは55.0℃であった。

【0025】

【表1】

原 材 料	組成A	添加量
バインダー樹脂	スチレンアクリル系樹脂	90%
ワックス	ポリプロピレンワックス	4%
帯電制御剤	クロム金属錯体帯電制御剤	1%
着色剤	カーボンブラック	5%

【0026】得られたトナー粒子4kgと日本アエゾゲル製のTR976を必要量同一のビニール袋にいれ、ビニール袋全体を手で握ることにより予備撹拌を行った。その後、予備撹拌されたトナー粒子を、種々の温度雰囲気中で撹拌した。このとき図2に示すような撹拌装置10を用いた。図2は、本発明の方法に用いられる撹拌装置を概略的に表す図を示す。図2の装置は、三井三池製ベンチセルミキサーを一部改造したもので、撹拌羽根4が設けられた撹拌室3と、この撹拌室3の周囲に設けられ、加熱用のお湯を導入する導入路1と、加熱用のお湯を排出する排出路2とを備えた加熱用ジャケット5とを備えている。また、この装置では、撹拌羽根4で負荷をかけることで、トナー粒子に外添剤微粒子をより強固に付着させることができる。

【0027】この装置を用いて、まずお湯を通し、内部温度が所定の温度になるまで待ち、安定させた。所定の温度になったら予備撹拌を行ったトナー粒子を投入

し、袋を開けて1500rpmで5分間撹拌を行った。なお、撹拌装置としては、ベンチセルミキサーに限らず、ラジエーター、タービンミキサー等に改造を施すことにより使用することができる。

【0028】得られたトナーについて、東芝製複写機を用いて現像剤特性の確認と保存保管特性の評価を行った。

保存保管特性の評価

得られたトナーを一定量ポリ容器に入れ、5.5℃の雰囲気中に8時間放置する。その後、容器を取り出して室温になしませ、トナーを取り出して観察した。全量変化していないものを○、凝集を起しているが容易にはぼれるものを△、容易にはぼれないものを×として評価した。得られた結果を下記表2に示す。

【0029】現像剤の耐久性の評価

東芝製複写機LSドライ7550をその消耗品の交換等を全て行い、初期化した。得られたトナーを用いた現像

50

7

剤を投入し、任意にトナーを補給しながら印字率6%のチャートを用いて通紙試験を行った。通紙試験は現像剤の劣化によって生じるトナーの機体内飛散に着目して行い、飛散したトナーが複写機内部を汚し、劣化して画像に表れたところを、用いたトナーの劣化ポイントとし

8

た。この劣化ポイントが40万枚以上のものを○、20万枚から40万枚のものを△、20万枚に達しないものを×として評価した。その結果を下記表2に示す。

【0030】

【表2】

サンプル	外添剤量	雰囲気温度	保存保管性	現像剤の耐久性
1-1	0.4%	Tg-10℃	○	△
1-2		Tg-7.5℃	○	○
1-3		Tg-5℃	○	○
1-4		Tg-2.5℃	○	○
1-5		Tg-0℃	△	○
1-6		Tg+2.5℃	×	設備内で固着
1-7		室温	○	×
1-8	1.0%	Tg-2.5℃	○	○
1-9		室温	○	×
1-10	0.2%	Tg-2.5℃	△	○
1-11		室温	△	○

【0031】表2から明らかなように、本発明によれば、使用される外添剤は、Tg吸熱開始温度ないしTgの温度雰囲気て攪拌された場合には、良好な保存保管性、現像剤耐久性を有することがわかる。しかしながら、Tgより高い温度、及び室温で攪拌を行なうと、固着が発生したり、現像剤が劣化するなどの問題が発生する。

【0032】同一のシリカ添加量で見た場合、例えばサンプル1-1ないし1-6に示すように雰囲気温度が高くなるに従い保存、保管性が低下して行く。これは、シリカ粒子がトナーに埋没しすぎるため、あたかも添加量が少なくなったのと同様の挙動を示しているためである。また、サンプル1-7に示すように、雰囲気温度が低すぎると、現像剤の耐久性が低下しているが、これはシリカ粒子の付着力が弱く、現像器内で攪拌することによりシリカ粒子が剥離してキャリアに付着し、キャリアの帯電能力が低下した結果である。さらに、サンプル1-8及び1-9に示すように、シリカ添加量を1.0%にまで増加させたサンプルでは、室温でトナー表面への付着処理を行ったものは現像剤の耐久性が悪化しているのに対し、Tg付近で付着処理を行ったものは耐久性が低下していない。これはTg付近まで雰囲気温度を向上させた方がより強い付着力を得ていることを意味する。また、逆に、シリカ添加量を減少させたサンプル1-10、1-11での評価結果では、シリカ添加量を減少させたことにより保存保管性が多少低下しているが、これは室温で付着処理を行ったものと同レベルであり、雰囲気温度を向上させてもTgを超えない限り、保存保管性に対しても悪影響を与えていないことがわかる。

【0033】このように、外添剤の添加量が現像剤全重量の0.2ないし1.0重量%の範囲であると、十分に実用的な結果が得られる。

実施例2

下記表3に示される材料を、加熱溶融混練し、冷却した後、粉碎及び分級することにより、トナー粒子を得た。このトナー粒子のTg吸熱開始温度は45.0℃、Tgは58.0℃であった。

【0034】

【表3】

原材料	組成B	添加量
バインダー樹脂	スチレンアクリル系樹脂	91%
ワックス	ポリプロピレンワックス	4%
着色剤	カーボンブラック	5%

【0035】得られたトナー粒子に下記表4に示すように、種々の量のクロム金属錯体帯電制御剤を添加し、実施例1と同様にして種々の温度雰囲気て予備攪拌及び攪拌を行なった。

【0036】次に、得られたトナー粒子を取り出し、さらにシリカ粒子0.4%を添加し、実施例1と同様にして、下記表4に示すように種々の温度雰囲気て予備攪拌及び攪拌を行なった。

【0037】その後、得られたトナーについて、実施例1と同様にして保存保管性及び耐久性を評価し、さらに帯電特性を調べた。

帯電特性の評価

得られたトナーを用いた現像剤を東芝製複写機レオドライ7550に投入し、同トナーを補給しながら原稿台上に白紙を置いて画像を取得し、得られた画像の反射率と未使用の紙の反射率を測定し、その差をデータとした。

【0038】トナーの摩擦帯電が十分行われない場合、低い帯電量のトナー現像剤中に存在することから、本来現像されるべきでない白地部分にも、トナーが少量現像

される。このことから反射率の差が1%を超えるものは×、0.5～1%を△、0.5%以下を○とした。得られた結果を下記表4に示す。

サンプル	外部添加剤		CCA付着処理時の温度	シリカ付着処理時の温度	保存 保管性	現像剤の 耐久性	帯電 性
	帯電制御剤量	シリカ量					
1-4	内部添加剤として使用	0.4%	—	Tg-2.5℃	○	○	○
2-1	0%	0.4%	—	Tg-2.5℃	○	不可	×
2-2	0.2%	0.4%	Tg-2.5℃	Tg-2.5℃	○	○	△
2-3	0.4%	0.4%	Tg-2.5℃	Tg-2.5℃	○	○	○
2-4	0.4%	0.4%	Tg-2.5℃で同時に処理		×	×	×
2-5	0.6%	0.4%	Tg-2.5℃	Tg-2.5℃	○	×	○
2-6	0.2%	0.4%	Tg-10℃	Tg-2.5℃	○	○	○
2-7	0.2%	0.4%	Tg-2.5℃	Tg-7.5℃	○	○	○
2-8	0.2%	0.4%	Tg-7.5℃	Tg-7.5℃	○	△	△

【0040】評価結果は、トナー内部に帯電制御剤を添加せずに、外部添加剤として帯電制御剤を扱ったものであり、サンプル1-4は、参考値として、載せたものである。このサンプル1-4は、内部添加剤として帯電制御剤を1%含み、この状態で保存保管性、現像剤の耐久性、帯電性共に優れていることが分かる。これと比較できるのはサンプル2-3であるが、帯電制御剤を外部添加剤として使用しているために、半以下の量である0.4%でも、各特性に於いて十分な性能が得られていることが分かる。サンプル2-1は帯電制御剤を使用しなかった例であるが、帯電性が不十分で、耐久性の試験そのものが実施できるレベルに無かった。サンプル2-2は帯電制御剤が少な過ぎるために、帯電性が不十分であることが分かる。サンプル2-4はサンプル2-3と同処方であるが、帯電制御剤とシリカを同時に付着処理した結果である。攪拌中に帯電制御剤とシリカが静電的に付着してしまった結果、各特性が非常に悪化している事が分かる。サンプル2-6と2-7は2-2と同処方であるが、付着処理時の温度をどちらか一方下げたものである。サンプル2-2の結果では、帯電性が多少不十分であったが、サンプル2-6と2-7については問題無くなっている。サンプル2-2は2度の付着処理によって帯電制御剤が必要以上にトナー中に埋没してしまったと考えられる。これに対してはサンプル2-6と2-7のように、どちらかの処理温度を下げる事によって、必要以上の埋没を防ぎ、帯電性を向上することができると。ただしサンプル2-8のように、1回目、2回目共に下げてしまうと、付着量が不十分になることから、いずれか一方は、Tg近傍まで加熱することが必要であることがわかる。

【0041】上述のことから、例えば金属錯体帯電制御剤及びシリカ粒子の2種の外添剤を添加する場合には、

【0039】

【表4】

2回に分けて別々に添加することが好ましく、また、第1の外添処理工程における雰囲気温度をA(℃)、第2の外添処理工程における雰囲気温度をB(℃)、トナー粒子のガラス転移点温度をTg(℃)とすると、下記関係式

$A \neq B$ であり、 $A > Tg - 2.5^\circ\text{C}$ かつ $B < Tg - 5^\circ\text{C}$ 又は $B > Tg - 2.5^\circ\text{C}$ かつ $A < Tg - 5^\circ\text{C}$

を満足することが好ましいことがわかる。

【0042】また、本発明によれば、シリカ粒子のみならず、通常内添剤として添加される帯電制御剤を、外添剤として使用することが可能となり、かつその添加量を低減することが可能となる。例えば実施例に用いられるクロム金属錯体帯電制御剤はバインダー樹脂の20倍も高価であり、添加量の低減により大幅な低コスト化が期待できる。

【0043】

【発明の効果】本発明の現像剤は、十分な耐久性、保存性、帯電性及び流動性を有し、画質の低下や機体内のトナー汚れを起こすことなく良好な画像形成を行なうことができる。

【0044】また、本発明の方法を用いると、上述の現像剤を容易に得ることができ。また、本発明の方法を用いて、通常内添される帯電制御剤を外添剤として添加することにより、その添加量を低減しても良好な耐久性、保存性、帯電性及び流動性を維持することが可能となり、低コスト化が可能となる。

【図面の簡単な説明】

【41】 樹脂の温度と吸熱量との関係を模式的に表わすグラフ図

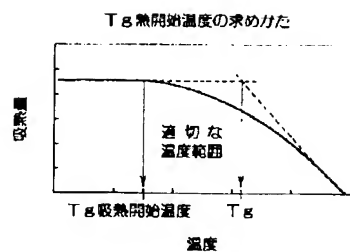
【42】 本発明の方法に用いられる攪拌装置を概略的に表す図

【符号の説明】

11

- 1…導入路
2…排出路
3…搅拌室

【図1】



12

- 4…搅拌羽根
5…加熱用ジャケット

【図2】

